

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平4-87179

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成4年(1992)3月19日

H 05 B 3/18  
C 23 C 16/46  
C 23 F 4/00  
H 01 L 21/205  
21/302  
21/31  
H 05 B 3/02  
3/20

3 5 6

A  
B  
E  
B

8715-3K  
8722-4K  
7179-4K  
7739-4M  
7353-4M  
6940-4M  
8715-3K  
7103-3K

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全8頁)

⑮ 発明の名称 セラミックスヒーター及びその製造方法

⑯ 特 願 平2-197817

⑰ 出 願 平2(1990)7月27日

⑱ 発 明 者 小 林 廣 道 三重県四日市市浮橋1丁目11番地の1

⑲ 発 明 者 牛 越 隆 介 愛知県半田市新宮町1丁目106番地 日本ガイシ新宮アパート206号

⑳ 発 明 者 柏 屋 俊 克 愛知県名古屋市瑞穂区岳見町1丁目34番地

㉑ 出 願 人 日本碍子株式会社 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号

㉒ 代 理 人 弁理士 杉村 暁秀 外5名

明 細 書

1. 発明の名称 セラミックスヒーター及びその製造方法

2. 特許請求の範囲

1. セラミックス基体と;

このセラミックス基体の内部に埋設された抵抗発熱体と;

この抵抗発熱体の端部に設けられ、前記セラミックス基体の表面へと露出する端子と;

この端子との間で耐熱耐腐食性結合が形成された電極部材とを有するセラミックスヒーター。

2. 前記端子と前記電極部材とが耐熱耐腐食性の高融点接合層を介して結合されている、請求項1記載のセラミックスヒーター。

3. 前記高融点接合層の融点が、前記端子の融点以下及び前記電極部材の融点以下である、請求項2記載のセラミックスヒーター。

4. 端子が設けられた抵抗発熱体をセラミッ

クス成形体内部に埋設する工程と;

このセラミックス成形体を焼結してセラミックス基体を作成する工程と;

前記セラミックス基体の表面へ前記端子を露出させる工程と;

この端子と電極部材との間に耐熱耐腐食性結合を形成する工程と

を有するセラミックスヒーターの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、プラズマCVD、減圧CVD、プラズマエッチング、光エッチング装置等に好適に使用されるセラミックスヒーター及びその製造方法に関するものである。

(従来の技術及びその問題点)

スーパークリーン状態を必要とする半導体製造用装置では、デポジション用ガス、エッチング用ガス、クリーニング用ガスとして塩素系ガス、弗素系ガス等の腐食性ガスが使用されている。このため、ウエハーをこれらの腐食性ガスに接触させ

た状態で加熱するための加熱装置として、抵抗発熱体の表面をステンレスチール、インコネル等の金属により被覆した従来のヒーターを使用すると、これらのガスの曝露によって、塩化物、酸化物、弗化物等の粒径数 $\mu\text{m}$ の、好ましくないパーティクルが発生する。

そこで第10図に示されるように、デポジション用ガス等に曝露される容器26の外側に赤外線ランプ47を設置し、容器外壁に赤外線透過窓46を設け、グラファイト等の耐食性良好な材質からなる被加熱体48に赤外線を放射し、被加熱体48の上面に置かれたウエハーを加熱する、間接加熱方式のウエハー加熱装置が開発されている。ところがこの方式のものは、直接加熱式のものに比較して熱損失が大きいこと、温度上昇に時間がかかること、赤外線透過窓46へのCVD膜の付着により赤外線の透過が次第に妨げられ、赤外線透過窓46で熱吸収が生じて窓が加熱すること等の問題があった。

(発明に至る経過)

上記の問題を解決するため、本発明者等は、新

たに円盤状の緻密質セラミックス内に抵抗発熱体を埋設し、このセラミックスヒーターをグラファイトのケースに保持した加熱装置について検討した。その結果この加熱装置は、上述のような問題点を一掃した極めて優れた装置であることが判明した。

しかし、このセラミックスヒーターを実際の半導体装置に使用すると、新たな問題が生ずることが解った。

即ち、従来のステンレスケース内への抵抗体埋め込み型ヒーターでは、加熱部は高温でも、ヒーターの電極部は温度の低い容器外に設けることが可能であった。しかしながら、セラミックスヒーターでは抵抗発熱体をセラミックス粉体内に入れてプレス成形するため、円盤状等の単純形状としなければならず、焼成段階でもホットプレス焼成するので同様である。しかも、焼成後の焼成体表面には黒皮といわれる焼成変質層があり、加工によりこの変質層を除去する必要がある。このとき、ダイヤモンド砥石による研削加工が必要であり、

複雑な形状であるとコストが上がる。このように、抵抗体を埋設したセラミックスヒーターでは、製造上の困難さから円盤状等の単純形状としなければならず、その構造から必然的にヒーターの端子は高温、腐食性ガスに曝されることになる。

(発明が解決しようとする課題)

本発明の課題は、半導体製造装置等のような高温、腐食性ガスを使用する装置において、装置内の汚染や熱効率の低下を防止でき、しかも抵抗発熱体の端子と電極部材との結合部分が耐久性、信頼性に優れたセラミックスヒーターを提供することである。

(課題を解決するための手段)

本発明は、セラミックス基体と；このセラミックス基体の内部に埋設された抵抗発熱体と；この抵抗発熱体の端部に設けられ、前記セラミックス基体の表面へと露出する端子と；この端子との間で耐熱耐腐食性結合が形成された電極部材とを有するセラミックスヒーターに係るものである。

また、本発明は、端子が設けられた抵抗発熱体

をセラミックス成形体内部に埋設する工程と；このセラミックス成形体を焼結してセラミックス基体を作成する工程と；前記セラミックス基体の表面へと前記端子を露出させる工程と；この端子と電極部材との間に耐熱耐腐食性結合を形成する工程とを有するセラミックスヒーターの製造方法に係るものである。

「耐熱耐腐食性結合」とは、具体的には、高融点接合層を介して接合すること、及び機械的に結合した、室温とヒーター使用温度の間の冷熱サイクル及び腐食性ガスに対して安定な接合及び結合をいう。

従来のステンレスヒーターの場合には、半導体ウエハー加熱面と抵抗発熱体の端子とは大きく離れており、端子と外部の電極ケーブルとは、半導体製造装置の容器外で結合されていた。

これに対し、本発明のようなセラミックスヒーターでは、端子周辺が高温、腐食性雰囲気曝される。従って、耐久性、信頼性に優れたセラミックスヒーターを得るためには、上記の高融点接合

層の融点が、ヒーターの表面温度よりも高くなければならず、また結合が、腐食性雰囲気に対して安定であり、更に熱変化に曝された後も充分な結合強度を保持していなければならない。

高融点接合層の融点は、例えば半導体製造装置へセラミックスヒーターを適用する場合には、1000℃以上とすることが好ましい。

高融点接合層を介した接合には、次のものがある。

- (1) 端子と電極部材との間に、Mo、W 等の高融点金属の粉末を介在させ、拡散接合すること。
- (2) ろう材で接合すること。
- (3) 箔を介在させて拡散接合すること。
- (4) 端子の端面又は電極部材の端面に、めっき、CVD、溶射等によって被覆層を形成し、次いで拡散接合又は摩擦圧接すること。
- (5) 溶接すること。

機械的結合法としては、圧入法、ネジ切り法、かしめ、埋め込み、差し込み、スプリング、弾性ボードによる機械的圧接がある。

て外部から電力が供給され、円盤状セラミックスヒーター60を例えば1100℃程度に加熱することができる。16はケース8の上面を覆う水冷ジャケット18付きのフランジであり、Oリング10により容器26の側壁との間がシールされ、容器26の天井面が構成されている。7はこのような容器26のフランジ16の壁面を貫通して容器26の内部へと挿入された中空シースであり、セラミックスヒーター60に接合されている。中空シース7の内部に、ステレスシース付きの熱電対8が挿入されている。中空シース7と容器26のフランジ16との間にはOリングを設け、大気の侵入を防止している。

抵抗発熱体2の端子3はヒーター背面36へと露出し、端子3と電極部材4との間には高融点金属の粉末5が介在している。この状態でセラミックスの劣化を防止するために好ましくは非酸化性雰囲気下で加熱し、拡散接合を形成する。

本実施例のセラミックスヒーターによれば、従来の金属ヒーターの場合のような汚染や、間接加熱方式の場合のような熱効率の悪化の問題を解決

(実施例)

以下、本発明の実施例を説明する。

#### 実施例1

第2図はセラミックスヒーターを熱CVD装置へと取りつけた状態を示す断面図、第1図は端子3と電極部材4との結合部分を示す拡大断面図である。

第2図において、26は半導体製造用CVDに使用される容器、60はその内部のケース8に取り付けられたウェハー加熱用の円盤状のセラミックスヒーターであり、ウェハー加熱面30の大きさは4〜8インチとしてウェハーを設置可能なサイズとしておく。

容器26の内部にはガス供給孔18から熱CVD用のガスが供給され、吸引孔20から真空ポンプにより内部の空気が排出される。円盤状セラミックスヒーター60は、窒化珪素のような緻密でガストイトな円盤状セラミックス基体1の内部にタングステン系等の抵抗発熱体2をスパイラル状に埋設したもので、その中央及び端部の電極部材4を介し

できる。

そして、ケース8は例えばグラファイト等からなり、ヒーター背面36側へと腐食性ガスが不可避免地に混入する。また、セラミックス基体1は円盤状であるので、抵抗発熱体2の端子3と電極部材4との結合部分は、高温への加熱と冷却とに繰り返し曝される。しかし、この点、本実施例では端子3と電極部材4との間を高融点金属粉末を用いて拡散接合してあるので、腐食性ガスや熱による接合部分の劣化を防止でき、ヒーターの耐久性、信頼性を向上させることができる。

円盤状セラミックス基体1の材質としては、窒化珪素、サイアロン、窒化アルミニウム等が好ましく、窒化珪素やサイアロンが耐熱衝撃性の点で更に好ましい。

抵抗発熱体2としては、高融点であり、しかも窒化珪素等との密着性に優れたタングステン、モリブデン、白金等を使用することが適当である。

ウェハー加熱面30は平滑面とすることが好ましく、特にウェハー加熱面30にウェハーが直接セッ

トされる場合には、平面度を500  $\mu\text{m}$  以下としてウエハーの裏面へのデポジション用ガスの侵入を防止する必要がある。

円盤状セラミックスヒーターを製造する際には、予め端子3を設けた抵抗発熱体2をセラミックス成形体中に埋設し、セラミックス成形体を焼結し、こうして得た円盤状セラミックス基体1の背面側を研削して端子3の端面を背面36へと露出させ、次いで前記拡散接合を形成する。

次いで、実験例について述べる。

第1図において、セラミックスとして窒化珪素、抵抗発熱体2としてタングステンを使用し、抵抗発熱体2の端部に径5mm、長さ10mmの円柱状端子(タングステン製)を設けた。このタングステン端子とタングステン電極部材を接合するにあたり、これらの間に高融点接合層としてタングステン粉末(平均粒径0.5  $\mu\text{m}$ )を約0.05g挟み、1kgf/cm<sup>2</sup>の荷重をかけ、N<sub>2</sub>中9.5atmの雰囲気下においてセラミックスの劣化を防止しつつ、1500℃以上の焼成温度で3時間焼結を行い、拡散接合により接

合を行った。このようにして接合したものの接合性について表1に示す。

表 1

接合温度	表面荒れ	接 合 部	
		曲げモーメント	接合性
1500℃	無し	< 10kgf・cm	不良
1600℃	無し	> 20kgf・cm	良
1700℃	無し	> 30kgf・cm	良
1800℃	有り	> 35kgf・cm	良

接合部の接合性を評価する方法として、曲げモーメント測定を行った。1500℃焼結接合は10kgf・cm未満の接合強度しか得られず、接合強度としては不充分である。1600℃焼結接合では20kgf・cm以上、1700℃以上焼結接合では30kgf・cm以上と十分な接合強度が得られている。

曲げモーメント測定の方法としては、窒化珪素中に埋め込んだ径5mmのタングステンに径5mm、長さ25mmのタングステン棒を上記方法により接合した試料において、接合部(支点)より2cmの位

置(力点)のタングステン棒に対し、垂直に万能試験機により荷重を加える。試料の接合部が破断するまでの最大荷重と、支点-力点間距離(2cm)との積により曲げモーメントを求める。

表1から解るように、接合温度が1500℃の場合は、タングステン粉末の焼結が進まず、耐熱耐腐食性の結合が形成されない。また、接合温度が1800℃を超えると、窒化珪素基体の表面が粗れるので好ましくない。

タングステン端子とタングステン電極部材との間に挟む接合層としては、W粉末の他に例えばMo, Pd, Ni, Fe, Co, Mn, Au, Pt, Y, Ag, Cu, Zr, Cr, Nb, Ti, V, Ta等融点が(発熱体使用温度+200℃)以上である金属粉末や、これらの金属箔、あるいはタングステン端子とタングステン電極部材との接合面にこれらの金属の被覆層を設けたものであっても良く、適当な焼結温度を選択することにより、良好な高融点接合層が得られることがわかっている。また、1700℃以下の融点を有する金属においては、溶解させ、ろう材として用いて

も良好な高融点接合層が得られることもわかっている。これらの結果については表2に示す。

第 2 表

接合層材料	供給状態	接合温度	接合条件	接合状態
Au	箔 粉末	1000℃ 1400℃	固相接合 ろう材	良 "
Pt	箔	1700℃	固相接合	良
Pd	粉末 被覆層	1500℃ 1700℃	固相接合 ろう材	良 "
Ti	箔	1600℃	固相接合	良

熱膨張による応力の緩和のためには、熱膨張係数が端子や電極部材となるべく等しい材料を用いるのが好ましく、タングステン端子とタングステン電極部材を使用する場合には、同じ材質のタングステン粉末を用いるのが最適である。あるいは、金やニッケルといったやわらかい金属を用いて応力緩和を図るのも良い。

また、接合層を介して接合を行う方法としては上記の拡散接合の他に、タングステン端子又はタ

ングステン電極部材の接合面に金属被覆層を設け、摩擦圧接により接合を行う方法も良い。

#### 実施例 2

第 8 図は、ねじ切り法による機械的結合の例を示すものである。

例えばタングステンからなる端子 3 を例えば径 5 mm、長さ 10 mm とし、この端子 3 を例えばタングステンからなる電極部材 4 へと結合するに当たり、タングステン端子 3 に M3 × 6 mm の雌ネジ 11 を切り、タングステン電極部材には M3 × 5 mm の雄ネジ 12 を切り、ネジ止め結合を行った。タングステン端子に雌ネジを切る方法は、タングステン端子が非常に硬く脆いため、通常のダイスによる加工は不可能である。そのため、特に放電加工によってネジ切りを行った。放電加工は電極と被切削物との間に放電現象を起こすことによって加工を行うため、被切削物が導電体でなければならず、被切削物を電極として利用する必要がある。本セラミックスヒーターはタングステン発熱体自体を電流経路として利用し、加工するタングステン端子のもう一

方のタングステン端子から電流を流すことによって、埋設されているタングステン端子にネジ切りを行う。

このようにして機械的結合を行ったものは、タングステン端子のネジ山とタングステン電極部材のネジ山との接触の他に、タングステン端子の雌ネジ深さがタングステン電極部材の雄ネジ長さより大きい場合、タングステン端子上側端面とタングステン電極部材段差面 4a とが密着し、十分な接触面積が得られており、接合部において電流集中することはない。

また他の機械的接合方法として、タングステン端子に径 3 mm × 7 mm の穴を開け、タングステン電極部材に径 3 mm × 6 mm の凸部を設け、締代 20 μm で圧入圧 1000 kgf/cm<sup>2</sup> で圧入を行った。締代 0 ~ 50 μm の範囲において、室温と 800 °C との間の冷熱サイクルを 1000 回行っても強固な接合状態であったが、この範囲を外れると緩みが生じたり、タングステン端子にひび割れが発生する。この結果を第 8 表に示す。

第 3 表

室温 = 800 °C の冷熱サイクル 1000 回後の接合状態

締 代	良 否
5 μm	○ (緩み発生)
20 μm	○
35 μm	○
50 μm	○
60 μm	× (タングステン端子割れ)

また、第 4 図に示すように、端子 3 に孔 21 を設け、電極部材 4 に突起 22 を設け、突起 22 を孔 21 へと圧入する際に、この間に金属箔 23 を挟んだり、あるいは圧入後やネジ止め後に端子 3 と電極部材 4 との間に、上述したようなろう材として使用可能な高融点金属の溶融物を流し込み、隙間を塞いだりすることによっても、良好な耐熱耐腐食性結合を形成できる。

第 5 図の例でも、円盤状セラミックス基体及び抵抗発熱体は前述のものと同様である。

この端子 3 に電極部材 4 を電気的に接触させる

に当たり、ヒーター背面側に設けたカーボン板 56 に端子上位置に予め穴 70 (例えば径 10 mm) を開けておき、この穴 70 より段差部を設けた電極部材 4 を通し、端子 3 に電極部材 4 を接触させる。更に、例えば外径 30 mm × 内径 3 mm × 厚さ 2 mm の Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 製絶縁リング 28 を電極部材 4 (例えば径 5 mm、長さ 30 mm、凸部径 3 mm、長さ 10 mm) に設けた段差部で止まるように挿入する。この時、バネ空間ができるようカーボン板 56 の上面より、電極部材 4 の段差部が上に出るようにしておく必要がある。この絶縁リング 28 とカーボン板 56 とをカーボン製のネジ 27 で締めつけると、カーボン板 56 がバネの働きをし、電極部材 4 を端子 3 に押しつけ電気的接触がはかられる。なお、電極部材 4 と端子 3 との接触面を第 6 図のように同一半径を持つ球面状 24 に加工しておけば、ヒーター背面 36 と電極部材 4 との垂直度が悪くても、点接触となるのを防止でき、充分大きな接触面積が得られる。

#### 実施例 4

第 7 図の例では、かしめ法により機械的結合を

行っている。

即ち、本例では、セラミックス成形体内部に抵抗発熱体2と端子3とを埋設した状態でこの成形体を焼結し、背面側を研削する際に端子3の突起31がヒーター背面36上へと突出するように研削を行っている。そして、電極部材4の端部に凹部32を設け、周縁突起部33で突起31を押えるようにかしめを行って端子3と電極部材4とを機械的に結合する。

端子3の突起31を背面36から突出させるには、例えば、まず平研で端子3の端面が研削面に現れるまでの間、焼結体の背面を全面に亘って研削し、端子の端面が研削面へと現れた後は、例えば第8図に示すように、まず斜線A部分を研削し、次いで斜線B部分を研削する。これにより、平面正方形の突起31が背面36から突出する。

また、第9図に示すように、予め端子3の突起61を研削により作製しておく方法もある。即ち、例えば径5mm、長さ10mmの端子3の上部を研削して径3mm、長さ5mmの突起61を設け、この突起61

の周囲に、好ましくは窒化ホウ素(BN)製の外径5mm、内径3mm、厚さ5mmのリング状蓋41をかぶせ、セラミックス成形体中に埋設してこの成形体を焼結し、抵抗発熱体2、端子3及びリング状蓋41を埋設したセラミックスヒーターを作製する。このヒーターの背面側を研削し、蓋41と突起61とを完全に露出させる。次いで蓋41を取除くと、円柱状突起61が突出した端子が得られる。この円柱状突起61に電極部材4をかしめることにより、機械的結合を形成する。

上記各例において、セラミックスヒーターの形状は、円形ウエハーを均等に加熱するためには円盤状とするのが好ましいが、他の形状、例えば四角盤状、六角盤状等としてもよい。

本発明は、プラズマエッチング装置、光エッチング装置等におけるセラミックスヒーターに対しても適用可能である。

(発明の効果)

本発明に係るセラミックスヒーター及びその製造方法によれば、セラミックス基体の内部に抵抗

発熱体を埋設してあるので、高温で腐食性ガスを使用する装置、特に半導体製造装置において、従来の金属ヒーターの場合のような汚染や、間接加熱方式の場合のような熱効率の悪化は生じない。

そして、セラミックス基体の表面へと露出する端子と電極部材との間で耐熱耐腐食性結合を形成してあるので、端子と電極部材との間で、特有の腐食性ガスや熱履歴による劣化、結合強度低下を防止でき、セラミックスヒーターの耐久性、信頼性を高めることができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は抵抗発熱体の端子と電極部材4との接合部分を示す拡大断面図、

第2図はセラミックスヒーターを熱CVD装置に取り付けた状態を示す概略断面図、

第3図、第4図はそれぞれ他の結合方法を示す拡大断面図、

第5図は更に他の結合方法を示す概略断面図、

第6図は端子と電極部材との接触部分を拡大して示す断面図、

第7図は、いわゆるかしめによる結合方法を説明するための拡大断面図、

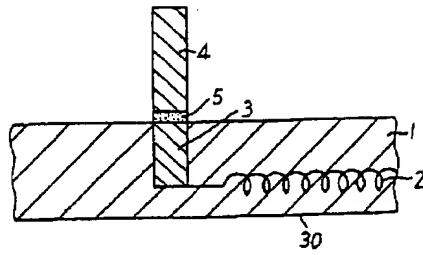
第8図は研削の手順を説明するための平面図、

第9図は端子に突起を形成するための他の手順を説明するための断面図、

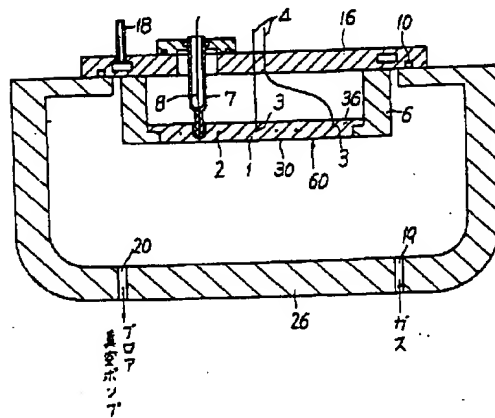
第10図は従来の間接加熱方法を説明するための断面図である。

- |               |             |
|---------------|-------------|
| 1…円盤状セラミックス基体 | 3…端子        |
| 2…抵抗発熱体       | 5…高融点金属の粉末  |
| 4…電極部材        | 11…雌ネジ      |
| 8…熱電対         | 21…凹部       |
| 12…雄ネジ        | 23…金属箱      |
| 22…突起         | 31…平面正方形の突起 |
| 30…ウエハー加熱面    | 36…ヒーター背面   |
| 32…凹部         | 56…カーボン板    |
| 41…リング状蓋      |             |

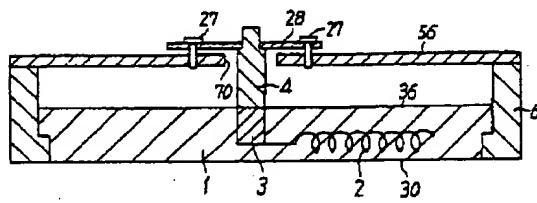
第1図



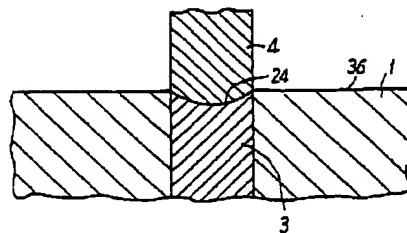
第2図



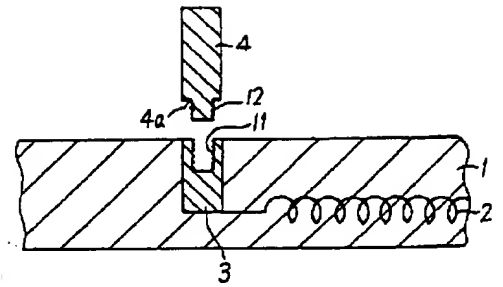
第5図



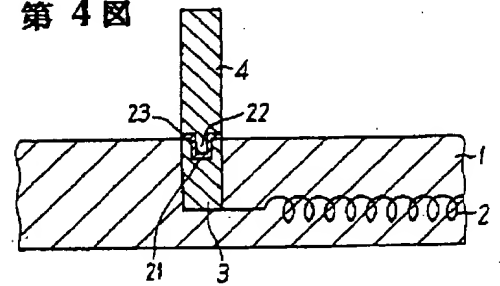
第6図



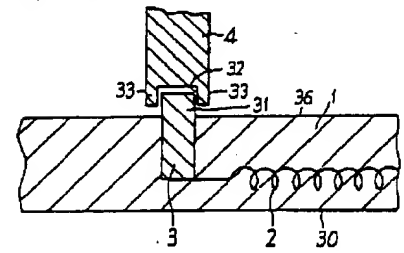
第3図



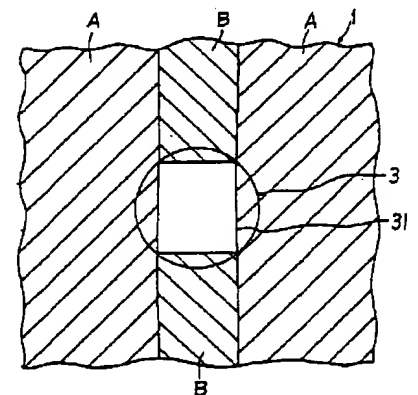
第4図



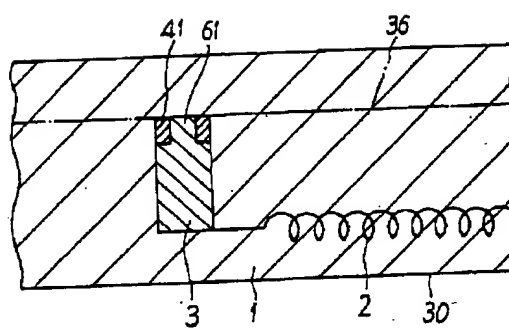
第7図



第8図



第9図



第10図

